

2877

PATENT

CERTIFICATE OF MAILING

I hereby certify that on March 11, 2002, this paper (along with any paper referred to as being attached or enclosed) is being deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents, Washington, DC 20231.

Applicant: Yoshiaki T gawa

Serial No.: 10/077,616

Filed: F bruary 15, 2002 Title: PARTICLE SIZE

DISTRIBUTION MEASURING

APPARATUS

Group Art Unit: Unknown

Examiner: Unknown

Docket No.: 380153.72

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Commissioner for Patents Washington, DC 20231

Sir:

TRANSMITTAL OF CERTIFIED COPY

APR - 128

Attached please find the certified copy of the foreign application from which is claimed for this case. priority is claimed for this case.

Country: Japan

Application Number: 2001-042383

Filing Date: February 19, 2001

Respectfully submitted,

March 11, 2002

Brian F. Swienton

Registration No. 49,030

OPPENHEIMER WOLFF & DONNELLY LLP 840 Newport Center Drive, Suite 700

Newport Beach, CA 92660 Telephone: 949.823.6000 Facsimile: 949.823.6100



JAPAN

PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2001年 2月19日

出 願 番

Application Number:

特願2001-042383

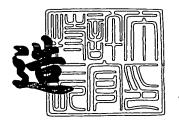
出 願 人 Applicant(s):

株式会社堀場製作所

2001年 8月31日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office





【書類名】

特許願

【整理番号】

163X097

【あて先】

特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場

製作所内

【氏名】

東川 喜昭

【特許出願人】

【識別番号】

000155023

【氏名又は名称】

株式会社堀場製作所

【代理人】

Ţ

【識別番号】

100074273

【弁理士】

【氏名又は名称】

藤本 英夫

【電話番号】

06-6352-5169

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

017798

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9706521

【プルーフの要否】

要

【書類名】

明細書

【発明の名称】

粒径分布測定装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒子を収容するセルと、セルに対して複数波長のレーザ光を照射する光源部と、セルを透過する直進光および各散乱角度の散乱光の強度を測定する検出器と、測定全範囲において一つの波長のレーザ光では感度が低い粒子径域を別の波長のレーザ光を用いて補完して粒径分布を求める演算部とを有することを特徴とする粒径分布測定装置。

【請求項2】 前記光源部がそれぞれ異なる波長のレーザ光を照射する複数の光源からなる請求項1に記載の粒径分布測定装置。

【請求項3】 前記検出器がレーザ光の波長に関係なく共通して直進光および各散乱角度の散乱光の強度を測定し、かつ、光源部が順次波長を変えてレーザ光を照射するものである請求項1または2に記載の粒径分布測定装置。

【請求項4】 前記光源部から照射されるレーザ光のうち選択した波長のレーザ光だけを透過し、他の波長のレーザ光を遮蔽するシャッタを設け、このシャッタの移動によって照射するレーザ光の波長を変更可能とした請求項1~3の何れかに記載の粒径分布測定装置。

【請求項5】 前記照射されるレーザ光の最長波長が最短波長の少なくとも 1.5倍以上である請求項1~4の何れかに記載の粒径分布測定装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

本発明は、粒径分布測定装置に関するものであり、より詳細にはレーザ回折/散乱式の粒径分布測定装置に関するものである。

[0002]

【従来技術】

従来より、レーザ回折/散乱式粒径分布測定装置では、レーザ光源をサンプルセル中の粒子に照射してその散乱光強度をリングディテクタ(およびその他の光検出器)で検出し、検出した光強度を演算処理することにより粒径分布に換算し

ていた。

[0003]

図7は従来の一般的なレーザ回折/散乱式粒径分布測定装置10における光学系の構成を概略的に示している。図7において、11は例えば633nmのレーザ光Lを発光するレーザ光源、12はこのレーザ光源11からのレーザ光Lを集光するレンズ、13は試料を収容するセル、 D_0 , D_1 , D_2 …はリングディテクタを構成する各検出器である。

[0004]

そして、前記リングディテクタ上に形成された各検出器 D_0 , D_1 , D_2 …は対応する角度の散乱光強度を測定する。さらに、これらのリングディテクタの外側にも検出器(図外)が配置されている。すなわち、リングディテクタの外側も含めた複数の検出器 D_1 , D_2 …を用いることにより、微小角度から広角に至るまでの各散乱角の散乱光強度をそれぞれに対応する検出器で測定することにより、広範囲な粒子径に対して検出感度を確保するように工夫されている。

[0005]

そして、前述のように多数配置された各検出器 D_1 , D_2 …には、それぞれに特定の感度が高い粒子径領域がある。したがって、多数の検出器 D_1 , D_2 …を用いて多くの散乱角の散乱光 L s を測定することにより、高い感度の粒径分布を演算によって求めることが行われていた。

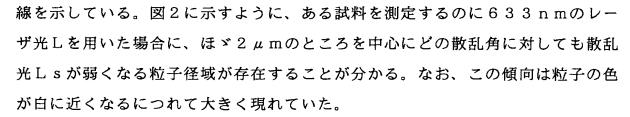
[0006]

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、従来より粒径分布測定装置では、粒子に照射するレーザ光Lの 波長と粒子の屈折率によって、どの散乱角に対しても散乱光Lsが弱くなる粒子 径領域が原理上存在しており、これが検出感度を低下させることは避けられなかった。図2は例えば633nmの特定波長のレーザ光Lを用いて、ある屈折率の 粒径分布を求めたときに、各検出器 D_1 , D_2 …の粒子径に対する測定感度を示す図である。

[0007]

図2において、 Ca_1 , Ca_2 …はそれぞれ検出器 D_1 , D_2 …による感度曲



[0008]

そこで、従来よりレーザ回折散乱式粒径分布測定装置では各検出器で得られた 散乱光Lsの強度データから粒径分布を導くデータ演算処理手法に工夫をこらす ことにより、散乱光Lsが弱い粒子径域についても遜色の少ない測定データが得 られるようにすることが行われている。しかしながら、この場合にも散乱光Ls が強い粒子径域に比べると散乱光強度が弱くなる粒子径域において分解能が落ち ることは避けられなかった。

[0009]

本発明はこのような実情を考慮に入れてなされたものであって、感度低下が生じる粒子径領域をなくして、測定精度や分解能が他の粒子径領域に比べて劣る粒子径領域をなくすことにより測定結果の精度や信頼性を高くすることができる粒径分布測定装置を提供することを目的としている。

[0010]

【課題を解決するための手段】

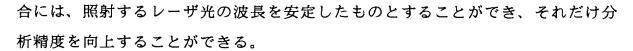
上記目的を達成するため、本発明の粒径分布測定装置は、粒子を収容するセルと、セルに対して複数波長のレーザ光を照射する光源部と、セルを透過する直進光および各散乱角度の散乱光の強度を測定する検出器と、測定全範囲において一つの波長のレーザ光では感度が低い粒子径域を別の波長のレーザ光を用いて補完して粒径分布を求める演算部とを有することを特徴としている。

[0011]

したがって、本発明の粒径分布測定装置によれば、感度が低い特定の粒子径域 がなくなるので、測定精度や分解能が他の領域に比べて劣る粒子径域もなくなり 、粒子径分布測定結果の精度や信頼性が向上する。

[0012]

前記光源部がそれぞれ異なる波長のレーザ光を照射する複数の光源からなる場



[0013]

前記検出器がレーザ光の波長に関係なく共通して直進光および各散乱角度の散乱光の強度を測定し、かつ、光源部が順次波長を変えてレーザ光を照射するものである場合には、粒径分布測定装置の製造コストを引き下げると共に、検出器自体の検出感度の差による測定誤差をなくすことが可能である。

[0014]

前記光源部から照射されるレーザ光のうち選択した波長のレーザ光だけを透過し、他の波長のレーザ光を遮蔽するシャッタを設け、このシャッタの移動によって照射するレーザ光の波長を変更可能とした場合には、照射するレーザ光の波長の切換えを迅速かつ正確に行うことが可能となり、測定時間の短縮と測定精度の向上を図ることができる。

[0015]

前記照射されるレーザ光の最長波長が最短波長の少なくとも1.5倍以上である場合には、最長波長と最短波長のレーザ光を用いて互いに感度が低い部分を補 完しあうことが可能となり、全域において十分の感度を得ることができる。

[0016]

【発明の実施の形態】

図1は本発明の粒径分布測定装置1の一例を示す図である。図1において、2は測定対象となる試料を収容するサンプルセル(セル)、3 a, 3 bはこのセル2に対して異なる波長のレーザ光La, Lbを照射するレーザ光源(光源)、4 a, 4 bは各光源からのレーザ光La, Lbを透過して収斂光にする投光レンズ、5 a, 5 bは各レーザ光La, Lbがセル2を透過して生じる透過光および散乱光を測定するためのリングディテクタ(検出器)である。すなわち、本例では互いに異なる波長のレーザ光La, Lbを用いて散乱光を測定する2組の光学系を配置している。

[0017]

6 は前記粒径分布測定装置1の制御部であって、前記光源3a, 3bに電力を

供給する電源ユニット7と、各検出器5a,5bからの測定値信号を入力する入力インターフェース8と、前記電源ユニット7を制御して光源3a,3bを駆動すると共に、各検出器5a,5bからの測定値信号を入力する演算部9と、この演算部9によって求められた測定値を表示する表示部10とを有している。

[0018]

前記2つのレーザ光源3 a, 3 b は光源部3を形成するものであり、本例では 光源3 a は例えば波長633 n mのレーザ光L a を照射するHeNeレーザ光源 、光源3 b は例えば波長405 n mの半導体レーザダイオードである。しかしな がら、本発明は光源3 a, 3 b の種類およびこれらの光源3 a, 3 b から照射さ れるレーザ光L a, L b の波長を限定するものではない。

[0019]

各レーザ光源3 a, 3 bから出たレーザ光La, Lbは投光レンズ4 a, 4 b によって焦束光となり、サンプルセル2を透過して検出器(リングディテクタのみを図示する)5 a, 5 b上に集光する。サンプルセル2中には粒子が浮遊または固定した状態で存在し、この粒子で散乱したレーザ光Las, Lbsは、リングディテクタ5 a_1 , $5 a_2 \cdots 5 b_1$, $5 b_2 \cdots$ およびその他セル周囲に配置した光検出器(図示を省略する)で検出される。

[0020]

[0021]

」なお、図 $_1$ には図示を省略しているが、レーザ光源 $_3$ a , $_3$ b の強度を測定するための検出器を、別途設けてもよい。また、各検出器 $_5$ a $_0$, $_5$ b $_1$ …はリングディテクタ以外にも配置した検出器(図外)とともに特定の散乱角ごとにその散乱光強度を測定する。

[0022]

ところで、既に図2を用いて説明したように、前記各検出器5a₁,5a₂…にはそれぞれに単一のレーザ光Laだけでは、どの散乱角に対しても散乱光が弱くなる粒子径領域(低感度領域)Haが原理上存在する。図2において、Haは散乱光強度が弱くなる粒子径領域(低感度領域)の例を示している。

[0023]

そこで、本発明では複数波長のレーザ光La,Laを出射可能とする光源部3と、各レーザ光La,Lbによる散乱光強度を検出する検出器5 a_1 ,5 a_2 … ,5 b_1 ,5 b_2 …とを用いて微小角度から広角の散乱光を検出することで、広範囲な粒子径に対して常に高い検出感度を確保する。以下、図2~5を用いてその具体的な動作を説明する。

[0024]

図 2 における各検出器 5 a_1 , 5 a_2 …の感度曲線 C a_1 , C a_2 が示すような、感度の高い粒子径や感度の低い粒子径領域 H a は、粒子による屈折率や粒子に照射するレーザ光 L a の波長に依存する。したがって、各検出器 5 a_1 , 5 a a …の感度の高い粒子径や感度の低い粒子径は光源 3 a が出射するレーザ光の波長を変えることにより調整可能である。

[0025]

図3は図2と同じ試料に波長405nmのレーザ光Lbを照射した場合における粒子径と、感度との関係を示す図である。図3において、Cb $_1$, Cb $_2$ …は各検出器5b $_1$, 5b $_2$ …の感度曲線であり、Hbは前記レーザ光Lbを用いた場合に各検出器5b $_1$, 5b $_2$ …の何れにおいても散乱光の検出感度が低くなる粒子径の領域(低感度領域)である。

[0026]

そこで、前記演算部9は前記電源ユニット7を制御して光源3a,3bを例えば交互に駆動し、対応する検出器5a,5bからそれぞれ対応する散乱光強度の測定値を入力し、両方の波長のレーザ光La,Lbによる測定値を合わせて求める。

[0027]

なお、光源部3に何れか一つの光源3aまたは3bからのレーザ光LaまたはLbをセル2に照射するためのレーザシャッタ(遮蔽板)を設けた場合は、演算部9が電源ユニット7を制御する代わりにレーザシャッタを駆動することにより、セル2に透過するレーザ光La,Lbを切換自在に照射することが可能である

[0028]

図4は両レーザ光La, Lbによる散乱光Las, Lbsの測定値を合わせた時の各検出器 $5a_1$, $5a_2$ …, $5b_1$, $5b_2$ …の粒子径に対する検出感度を示している。図4が示すように、波長の異なるレーザ光La, Lbを用いて散乱光の測定を行うことにより、どの粒子径に対しても高感度の測定を行うことができる。

[0029]

また、本例の場合は、レーザ光Laの波長が633nm、レーザ光Lbの波長が405nmであり、レーザ光Laの波長(長波長)がレーザ光Lbの波長(短波長)の1.5倍以上であるので、両レーザ光La,Lbの低感度領域Ha,Hbが重なることはない。すなわち、前記2組の光学系の光源3a,3bから照射されるレーザ光La,Lbの波長を適宜選択し、本例のように照射されるレーザ光の最長波長(レーザ光La)が最短波長(レーザ光Lb)の少なくとも1.5倍以上とすることにより、両光学系の感度の低くなる粒子径域Ha,Hbを互いに補うように感度を持たせることで、測定範囲全体で特定の感度の低い粒子径域をなくすことができる。

[0030]

なお、前記レーザ光La,Lbの最長波長が最短波長の1.5倍以下であって、前記低感度領域Ha,Hbが幾らか重なる場合であっても、複数の波長を有するレーザ光La,Lbによる分析を組み合わせることにより、単一波長のレーザ光LaまたはLbだけを用いた測定よりも、その測定感度を確実に向上することができる。加えて、本発明は粒径分布演算に用いられるレーザ光の波長は2系統であることを限定するものではなく、3種以上の複数の波長のレーザ光を組み合わせて用いてもよい。



図5は本発明の粒径分布測定装置1によって測定された粒径分布の例を概念的に示す図である。図5において、F(j)は粒子径jの濃度を示す粒径分布であり、Eaはレーザ光Laだけを用いて粒径分布F(j)を求めた場合に生じ得る感度低下に起因する誤差、Ebはレーザ光Lbだけを用いて粒径分布F(j)を求めた場合に生じ得る感度低下に起因する誤差を示している。すなわち、両誤差Ea,Ebは低感度領域Ha,Hbの範囲において大きくなる可能性がある。

[0032]

しかしながら、本発明のように複数波長のレーザ光La, Lbを用いることにより、低感度領域Ha, Hbを互いに相殺して測定感度を補完することができ、前記演算部9(図1参照)は図5に実線で示すような正確な粒径分布を求めることができる。

[0033]

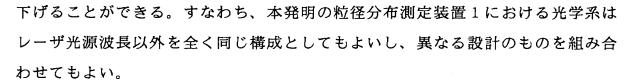
加えて、粒径分布演算を行なうときにも演算対象となる測定値が倍であるから、それだけ粒径分布演算をより正確に行うことができる。すなわち、測定領域の全体において測定精度を向上することができ、前記低感度領域 Ha, Hb以外においても精度向上を達成することができる。

[0034]

なお、上述の例ではレーザ光Laを用いて散乱光強度を求める光学系3a,4a,5aと、レーザ光Lbを用いて散乱光強度を求める光学系3b,4b,5bとを独立して設けているので、両光学系3a,4a,5a、3b,4b,5b間の遮光が十分に行うことができれば、両光源3a,3bを両方とも駆動して各検出器5a $_0$,5a $_1$ …,5b $_0$,5b $_1$ …からの測定値を同時に入力することも可能である。この場合は、粒径分布の測定にかかる時間を短くすることができる

[0.03.5]

また、逆に複数の波長を発光可能とする光源を光源部3として用いることによい、光源以外の全ての光学系を共通して用いることも可能である。この場合、光 学系を構成する部材の点数を少なくすることができ、それだけ製造コストを引き



[0036]

図6(A),(B)は2組の光学系のリングディテクタを共用した例を示す図であって、図6(A)は斜視図、図6(B)は側面図である。図6において、図1と同じ符号を付した部材は同一または同等の部材であるから、その詳細な説明を省略する。

[0037]

図 6 において、5 c はリングディテクタを含む検出器であって、その中心にはセル 2 と透過したレーザ光 L a , L b の焦点位置に位置調整された透過光用検出器 5 c $_0$ が配置されている。また、検出器 5 c $_0$ の中心と同軸の扇状形状であり半径方向に複数に分断して形成されている。

[0038]

とりわけ本例では一つの検出器5cによって2波長のレーザ光La,Lbの散乱光Las,Lbsを測定する点において図1に示した例と異なっている。これによって検出器5cの数を少なくすることができ、それだけ製造コストを削減することができる。また、各光源3a,3bがそれぞれ一つの波長のレーザ光La,Lbを出射するので、その構成を簡素なものとすることができる。

[0039]

本例では一つの検出器 5 c を用いて 2 波長のレーザ光 L a, L b による散乱光 L a s, L b s をその散乱角度を同じにして検出するために、各検出器 5 c $_0$, 5 c $_1$ …の配置をレーザ光 L a, L b のいずれの光軸からも直交する方向に並べられており、かつ各レーザ光 L a, L b のセル 2 に対する入射角 α を同じとしている。言い換えるなら、前記光源 3 a, 3 b が、セル 2 の垂線 2 a と各検出器 5 c $_0$, 5 c $_1$ …の配列方向 X によって形成される平面の面対象位置となるように配置されている。

[0040]

なお、散乱角度を同じにして検出する必要がない場合には、光源3 a, 3 b を 自由に配置することが可能であることは言うまでもない。また、その場合には、 光源部を構成する光源の数を2つに限定する必要はない。

[0041]

本例の場合、光源3a,3bの何れか一方のレーザ光LaまたはLbをセル2に照射する必要があるが、これは光源3a,3bに供給する電力によって制御しても、レーザシャッタでレーザ光LaまたはLbを遮蔽することによって制御してもよい。

[0042]

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の粒径分布測定装置は、光源に異なる複数の波長のレーザ光を適宜選択することで、どれかの波長での感度の低い粒子径域でも、別の波長での粒子径域の感度が高くなるように設定することができる。すなわち、複数波長を選択してそれぞれの散乱光を測定することで、全体的に感度が低い領域をなくすことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の粒径分布測定装置の構成を概略的に示す図である。

【図2】

ある波長のレーザ光を用いた場合の粒子径と感度の関係を示す図である。

【図3】

別の波長のレーザ光を用いた場合の粒子径と感度の関係を示す図である。

【図4】

両波長のレーザ光を用いた場合の粒子径と感度の関係を示す図である。

【図5】

粒子径分布の演算結果の例を示す図である。

【図6】

本発明の粒径分布測定装置の別の例を示す図である。

【図7】

従来の粒径分布測定装置の例を示す図である。

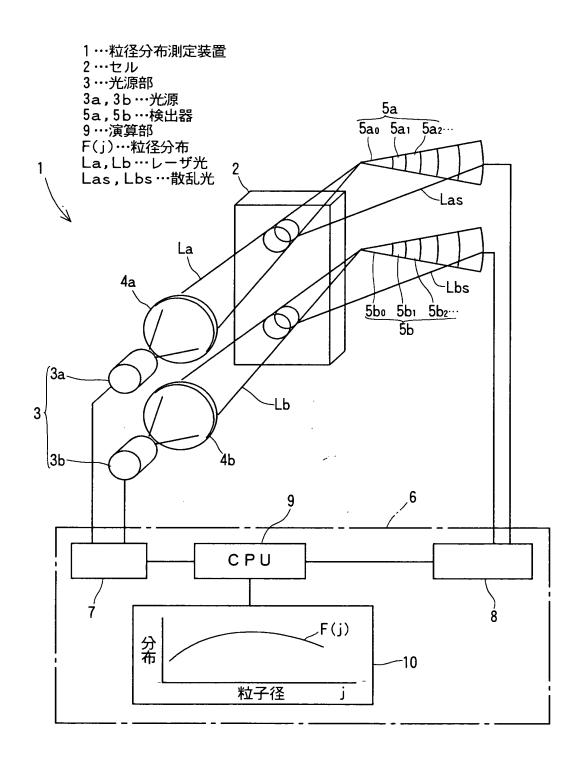
【符号の説明】

1 …粒径分布測定装置、2 …セル、3 …光源部、3 a, 3 b …光源、5 a, 5 b, 5 c …検出器、9 …演算部、F (j) …粒径分布、L a, L b … レーザ光、L a s, L b s …散乱光、H a, H b …感度が低い粒子径域。

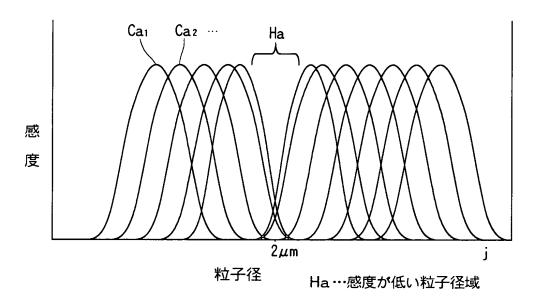
【書類名】

図面

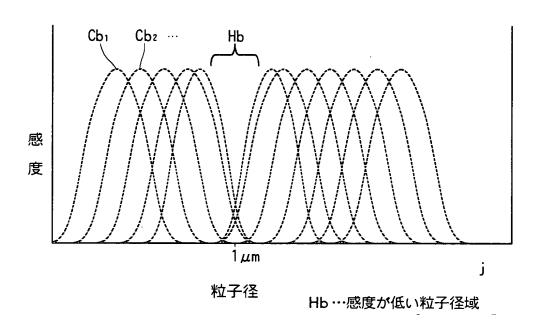
【図1】



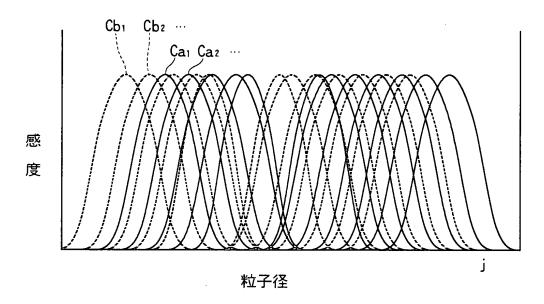
[図2]



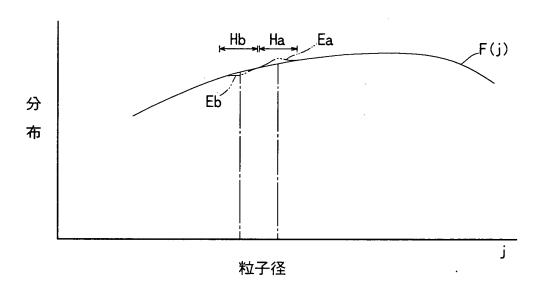
【図3】



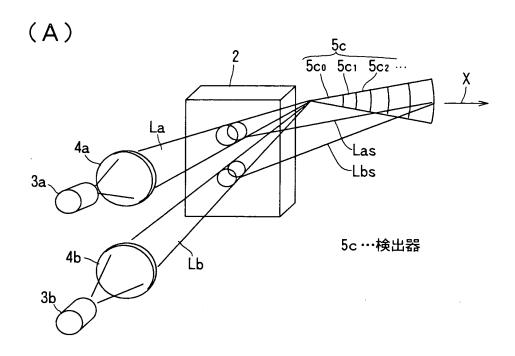
【図4】

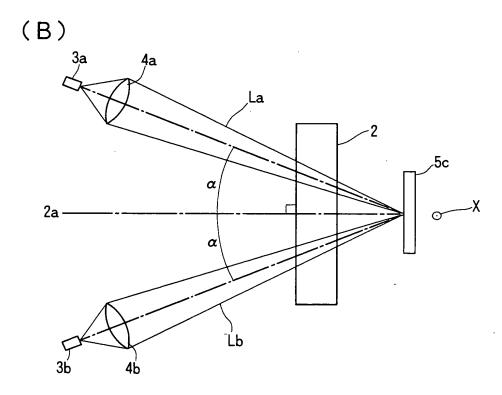


【図5】

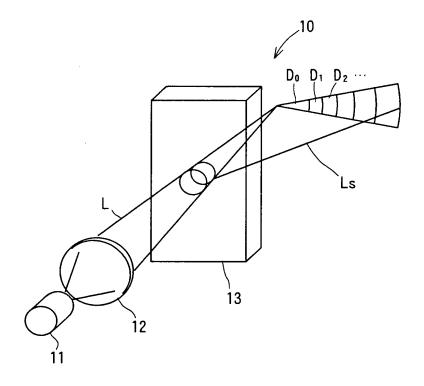


【図6】





【図7】



【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 感度低下が生じる粒子径領域をなくして、測定精度や分解能が 他の粒子径領域に比べて劣る粒子径領域をなくすことにより測定結果の精度や信 頼性を高くすることができる粒径分布測定装置を提供する。

【解決手段】 粒子を収容するセル2と、セル2に対して複数波長のレーザ光 La, Lbを照射する光源部3と、セル2を透過する直進光Laおよび各散乱角 度の散乱光Lasの強度を測定する検出器5a,5bと、測定全範囲において一 つの波長のレーザ光Laでは感度が低い粒子径域Haを別の波長のレーザ光Lb を用いて補完して粒径分布F(j)を求める演算部9とを有する。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号

特願2001-042383

受付番号

5 0 1 0 0 2 2 9 7 1 0

書類名

特許願

担当官

第三担当上席

0092

作成日

平成13年 2月20日

<認定情報・付加情報>

【提出日】

平成13年 2月19日



出願人履歴情報

識別番号

[000155023]

1. 変更年月日 1990年 9月 3日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

氏 名 株式会社堀場製作所